Standar Nasional Indonesia

SNI 8360:2017

Tekstil – Cara uji penetapan kadar PFOS dan PFOA pada bahan

ICS 59.080.01

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8360:2017, dengan judul *Tekstil – Cara uji penetapan kadar PFOS dan PFOA pada bahan*, merupakan standar baru, yang disusun guna melengkapi SNI di bidang tekstil dan produk tekstil. Standar ini menetapkan cara uji untuk menentukan kadar perfluorooktana-sulfonat (PFOS) dan perfluorooktanoat (PFOA) yang masih tersisa pada bahan setelah melalui produksi dan proses produk tekstil.

Dalam penyusunan Standar ini, telah dilakukan validasi metode pengujian oleh laboratorium uji terakreditasi dengan melakukan pengujian kadar PFOS dan kadar PFOA dari kain tahan air berupa kain payung, jas hujan dan produk tahan air lainnya yang telah melalui proses penyempurnaan tahan air.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 59-01 *Tekstil dan Produk Tekstil*. Standar ini telah dibahas dan disepakati dalam rapat konsensus di Bandung, pada tanggal 30 November 2015. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu perwakilan dari produsen, konsumen, pakar dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 14 Oktober 2016 sampai dengan 14 Desember 2016, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen Standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Pendahuluan

Indonesia sebagai salah satu negara para pihak Konvensi Stockholm tentang Bahan Pencemar Organik yang Persisten (*Persistent Organic Poluttans* – POPs) berkomitmen global untuk melindungi kesehatan manusia dan lingkungan dari POPs.

PFOS dan bahan-bahan terkait PFOS digunakan pada kategori pembuatan artikel atau produk yang menggunakan PFOS sebagai bahan kimia adalah industri pelapisan logam dan industri pertambangan. Sedangkan pada kategori artikel konsumen mengandung PFOS, garam PFOS dan bahan mengandung PFOS adalah tekstil dan kain yang dilapisi, karpet sintetik, kertas dan pengepakan, surfaktan industri dan rumah tangga, toner, tinta printer, busa pemadam api dan insektisida.

Potensi jumlah PFOS diestimasi berdasarkan data statistika dari ekspor dan impor bahan-bahan yang mengandung PFOS di Indonesia dari berbagai sektor seperti pulp dan kertas, busa pemadam api, tekstil dan karet sintetik. Dari data ekspor selama 1999-2012, sektor busa pemadam api berkontribusi paling besar (1.208.159 kg) diikuti oleh tekstil (874.622 kg), pulp dan kertas (665.440 kg) dan karpet sintetik (555.233 kg), sedangkan untuk data impor, sektor tekstil berkontribusi paling besar (2.022.057 kg) diikuti oleh pulp dan kertas (1.085.742 kg), busa pemadam api (1.237.933.kg) dan karpet sintetik (4.648 kg).

PFOS adalah anion terfluorinasi penuh, pada umumnya digunakan sebagai garam dalam beberapa aplikasi atau dimasukkan ke dalam polimer. PFOS disintesis dari PFOSF dan dapat diturunkan dari garamnya bila dilarutkan. Istilah bahan-bahan terkait dengan PFOS digunakan untuk semua bahan yang mengandung satu atau lebih grup PFOS ($C_8F_{17}SO_2$) yang dapat terdegradasi menjadi PFOS di lingkungan. PFOS, garamnya, dan PFOSF dimasukkan dalam Lampiran B pada Konvensi Stockholm tahun 2009.

Penggunaan PFOS, garam PFOS dan bahan terkait PFOS pada Tekstil dan kain yang dilapisi (*acrylate, methacrylate, adipate and urethane polymers of N-ethyl perfluorooctane sulfonamidoethanol* – EtFOSE) yang digunakan untuk penolak minyak, tanah dan air, untuk tekstil dan busana anti air, anti kotor dan kain yang dilapisi. Pada karpet sintetik, penggunaannya untuk memberikan perlindungan noda, terutama karpet sintetis berdasarkan serat yang diresapi (impregnasi). Pada surfaktan industri dan rumah tangga (*potassium-ethyl-N-[heptadecafluoroocthyl sulfonyl] glycinate)* – (CAS No. 2991-51-7), penggunaannya untuk mengurangi tegangan permukaan dan meningkatkan pembasahan dan pembilasan dalam berbagai industri dan produk pembersih rumah tangga.

Berdasarkan standar Oekotex 100, nilai yang aman untuk kadar PFOS dan PFOA pada bahan tekstil adalah < 1,0 μg/m^2 baik untuk bayi, bersentuhan langsung dengan kulit, tidak bersentuhan langsung dengan kulit maupun kain dekorasi.

Tekstil – Cara uji penetapan kadar PFOS dan PFOA pada bahan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara uji untuk menentukan kadar perfluorooktana-sulfonat (PFOS) dan perfluorooktanoat (PFOA) yang masih tersisa pada bahan setelah melalui produksi dan proses produk tekstil atau produk lembaran padat.

CATATAN Contoh produk lembaran padat adalah lembaran kertas, kulit tiruan, dan sebagainya.

PERINGATAN Standar ini dibuat untuk penggunaan bahan dan/atau prosedur yang dapat membahayakan kesehatan apabila tidak dilakukan pencegahan yang memadai. Standar ini hanya mengenai aspek yang diperlukan secara teknis dan tidak membebaskan pengguna dari aturan kewajiban yang berkaitan dengan kesehatan dan keselamatan pada setiap tahapan kerja. Pada penyusunan Standar ini diasumsikan bahwa pelaksanaan ketentuan-ketentuannya dipercayakan kepada personel yang kompeten dan berpengalaman.

2 Prinsip

Sesuai dengan kondisi yang ditetapkan, contoh uji yang dilarutkan dalam penangas Ultrasonik, diinjeksikan ke dalam kromatografi cair kinerja tinggi (*High Performance Liquid Chromatography System*/HPLC) dan dipisahkan melalui suatu kolom, kemudian kadarnya ditetapkan dengan spektrofotometri massa. Zat yang dianalisa tercantum pada Tabel 1. Apabila ditemukan kadar PFOS dan PFOA diatas 1,0 μg/m^2, maka contoh uji harus dilakukan konfirmasi ulang menggunakan kromatografi cair tandem spektrometer massa (*liquid chromatography tandem mass spectrometer*/LC-MS/MS) atau metode lainnya.

Tabel 1 – Daftar analit yang akan dianalisa

Analit yang akan dianalisa	Rumus kimia[a]	Singkatan	No. CAS[b]
Perfluorooktanasulfonat (1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-heptadekafluoro-n-asam-oktana-sulfonat)	$CF_3(CF_2)_7SO_3H$	PFOS	1763-23-1
Perfluorooktanoat (pentadekafluoro-n-asam-oktanoat)	$CF_3(CF_2)_6COOH$	PFOA[c]	335-67-1

[a] analit yang dianalisa adalah anion
[b] CAS = *Chemical Abstract System*
[c] PFOA termasuk asam dan garamnya

3 Pereaksi

3.1 Asetonitril, sesuai untuk HPLC.

3.2 Amonium asetat

3.3 Metanol

3.4 Air dimurnikan, sesuai untuk HPLC.

3.5 Perfluorooktanasulfonat (PFOS)

3.6 Perfluorooktanoat (PFOA)

3.7 Gas nitrogen

3.8 Larutan standar PFOS (100 µg/ml)

10 mg bahan standar PFOS, diukur sampai ketelitian 0,1 mg, dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 ml yang diisi metanol sampai garis batas.

3.9 Larutan standar PFOA (100 µg/ml)

10 mg bahan standar PFOA, diukur sampai ketelitian 0,1 mg, dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 ml yang diisi metanol sampai garis batas.

4 Peralatan

4.1 Neraca analitik, dengan ketelitian 0,0001 g atau 0,1 mg.

4.2 Penangas ultrasonik (20-70) ºC

4.3 Tabung reaksi 50 ml dengan tutup ulir

4.4 Tabung reaksi 10 ml

4.5 Peralatan kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC System), dilengkapi dengan spektrometer massa sebagai ekstraktor.

4.6 Kolom kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC *Column*), kolom kromatrografi cair *(liquid chromatography column)* terbukti sesuai untuk pemisahan dan analisa PFOS dan PFOA.

4.7 Spektrometer massa (*mass spectrometer*), spektrometer massa dengan penyaring massa *quadrupole* atau penyaring massa yang mampu menghasilkan spektrum massa dan kromatrogram ekivalen atau lebih besar, dengan mengionisasi senyawa yang dipisahkan dari kolom melalui *electrospray ionization* (ESI).

4.8 Kromatografi cair tandem spektrometer massa (C-MS/MS) atau peralatan lainnya

CATATAN Peralatan yang dibuat dengan bahan dasar dari segala jenis polimer fluorin, termasuk politetrafluoroetilena (PTFE), tidak boleh digunakan dalam proses persiapan, pengerjaan awal, dan ekstraksi contoh uji. Komponen tambahan yang mengandung polimer fluoro (contoh: pipa, penyaring pelarut masuk, peralatan penghilang gas, dan sebagainya) dapat digunakan dalam sistem kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC), komponen yang dibuat dari bahan baja tahan karat harus diganti, atau komponen yang tidak diperlukan harus dilepas.

5 Pengambilan contoh dan contoh uji

5.1 Pengambilan contoh

Jika suatu contoh diambil dari suatu gulungan, 1 (satu) m atau sekurang-kurangnya lapisan luar harus dibuang dan contoh harus dipotong dengan luas yang cukup sebelum contoh tersebut dimasukkan ke dalam kantong polietilena dan ditutup rapat. Produk selain bentuk gulungan harus diambil dan dibawa dalam bungkus aslinya. Tanggal pembuatan dan nomor *batch* harus ditulis pada contoh.

5.2 Pengambilan contoh uji

Setelah contoh diletakkan rata dan daerah ditengah-tengah dipilih dengan luas yang sesuai, timbang contoh 2 g dengan ketelitian 0,001 g.

CATATAN Jika kadar PFOS dan PFOA per luas permukaan ditentukan setelah pengerjaan, contoh harus diletakkan rata dan dari bagian tengah diambil 10 cm × 10 cm.

6 Prosedur

6.1 Persiapan larutan uji

Potong contoh uji kecil kecil, masukkan pada tabung 50 ml tutup ulir, tambahkan internal standar dan diamkan selama ± 30 menit. Tambahkan 50 ml metanol, dan tutup tabung 50 ml, kocok (sonikasi) dengan penangas ultrasonik selama 2 jam dengan temperatur 60 ^{o}C. Dinginkan pada temperatur ruangan. Pipet 5 ml ekstrak, evaporasi dengan gas nitrogen sampai kering. Tambahkan 2 ml dari metanol:air (1:1) ke dalam tabung, dan kocok (sonikasi) selama 5 menit. Masukkan kedalam vial HPLC.

6.2 Persiapan larutan untuk kurva kalibrasi

Larutkan sejumlah tertentu larutan standar PFOS (3.7) dan larutan standar PFOA (3.8) dengan metanol untuk menyiapkan larutan kurva kalibrasi. Untuk setiap pengujian, siapkan sekurang-kurangnya empat larutan standar dengan rentang konsentrasi di bawah 100 ng/l.

CATATAN Dalam persiapan kurva kalibrasi menggunakan metoda standar internal, 1,2,3,4-$^{13}C_4$-PFOA, 1,2,3,4-$^{13}C_4$-PFOS, atau $^{13}C_4$-PFNA (asam perfluoro-n-nonanoat), dapat digunakan sebagai bahan standar internal.

6.3 Penetapan

Injeksikan larutan uji ke dalam sistem kromatografi cair kinerja tinggi untuk dianalisis dengan kondisi seperti pada tabel di bawah ini. Injeksikan masing-masing larutan kurva kalibrasi (subpasal 6.2) ke dalam sistem kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) dengan kondisi yang sama dengan kondisi yang dianalisis. Kurva kalibrasi didapat pada area puncak dengan ion kuantitatif yang digunakan, dan bandingkan dengan puncak area yang didapat dari larutan uji.

Tabel 2 – Kondisi kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) dan spektrometer massa

Kolom	**Kolom fase balik berkemampuan memisahkan zat atau jenis-jenis isomer dari campuran PFOS dengan tipe fase diam C18.**
Temperatur kolom	40 °C
Fase bergerak A	10 mM amonium asetat
Fase bergerak B	Asetonitril
Laju alir pelarut	0,3 ml/menit
Volume injeksi	5 – 10 µl
Metode ionisasi	Ion negatif ESI
Pilihan ion (m/z)	PFOS : 499, PFOA : 413

Tabel 3 – Program gradien fase gerak HPLC

Waktu (menit)	**Fase bergerak A (%)**	**Fase bergerak B (%)**
0	70	30
10	0	100
11	0	100
20	70	30

CATATAN Jika kondisi analisa diperkirakan perlu diubah karena perbedaan model atau pembuat alat analisa, perubahan harus dicatat secara rinci dalam laporan hasil uji.

6.4 Perhitungan

Kadar PFOS dan PFOA dari masing-masing contoh dihitung sebagai berikut.

6.4.1 Kadar contoh dalam satuan berat (µg/g)

$$Kadar\ PFOS\ atau\ PFOA\ \left[\frac{\mu g}{g}\right] = \frac{C \times V_a \times V_t}{V_p \times B} \times f_p \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang dihitung dari kurva kalibrasi (µg/ml)
V_a adalah volume ekstrak (ml)
V_p adalah volume pemipetan (ml)
V_t adalah volume akhir (ml)
B adalah berat contoh (g)
f_p adalah faktor pengenceran (jika ada pengenceran)

6.4.2 Kadar contoh dalam luas area (µg/m²)

$$Kadar\ PFOS\ atau\ PFOA\ \left[\frac{\mu g}{m^2}\right] = \frac{C \times V_a \times 10.000}{V_p \times L} \times f_p \quad (2)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang dihitung dari kurva kalibrasi (µg/ml)
V_a adalah volume ekstrak (ml)
V_p adalah volume pemipetan (ml)
V_t adalah volume akhir (ml)
L adalah luas permukaan contoh (cm^2)
f_p adalah faktor pengenceran

7 Penyajian hasil uji

Kadar PFOS dan PFOA pada produk harus dinyatakan sampai 1,0 µg/g dalam kadar per satuan berat dan 1,0 $\mu g/m^2$ dalam kadar per satuan luas. Kadar lebih kecil dari nilai tersebut dinyatakan "Tidak terdeteksi" (*"Not detected"*).

8 Akurasi

Nilai perolehan kembali *(recovery)* hasil-hasil uji, yang didapat dari prosedur uji yang sama dilakukan pada contoh dengan menambahkan bahan standar termasuk komponen analisa pada bahan blanko, harus dalam rentang 80 % sampai 120 %.

9 Aspek umum

Kuantifikasi harus dilakukan dengan uji blanko, untuk mengkalibrasi hasil yang ditentukan. Sebagai tambahan terhadap *item* yang ditetapkan, suatu bahan yang diperoleh dari pasar yang konsentrasinya diketahui, dapat digunakan sebagai larutan standar untuk perhitungan kurva kalibrasi.

10 Laporan hasil uji

Informasi berikut ini harus dicantumkan dalam laporan hasil uji:

a) standar yang digunakan ini;
b) kondisi pengujian;
c) hasil uji;
d) pengerjaan yang tidak ditentukan dalam Standar ini atau kondisi tambahan;
e) rincian faktor-faktor yang mungkin mempengaruhi hasil.

Bibliografi

[1] ISO 25101:2009, *Water quality – Determination of perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoate (PFOA) – Method for unfiltered samples using solid phase extraction and liquid chromatography/ mass spectrometry.*

[2] OEKO-TEX Standard 100, *Limit values and fastness, edition 04/2015.*

[3] EM201:2010, *Test Method for the determination of PFOS and PFOA in Articles,* http://www.me.go.kr.

[4] *Penelaahan dan Pemutakhiran Rencana Penerapan Nasional untuk Konvensi Stockholm tentang Bahan Pencemar Organik yang Persisten (Persistent Organic Pollutans, POPs) di Indonesia*, Kementerian Lingkungan Hidup RI, Oktober 2014.

[5] Technical Specification, CEN/TS 15968:2010, *Determination of extractable perfluorooctanesuphonate (PFOS) in coated and impregnation solid articles, liquids and fire fighting foams – Method for sampling extraction and analysis by LC-qMS or LC-tandemMS.*

[6] Washburn et al, 2005, *Exposure assessment and risk characterization for perfluorooctanoate in selected consumer articles.* Environ. Sci. Technol. 39, 3904-3910.

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek perumus SNI
Komite Teknis 59-01 *Tekstil dan Produk Tekstil*

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Muhdori
Wakil ketua : Elis Masitoh
Sekretaris : Lukman Jamil
Anggota :
1. Nyimas Susyami Hitariat
2. Pracoyo
3. Annerisa Midya
4. Grace Ellen Manuhutu
5. Rini Marlina
6. Cecep Herusaleh
7. Syaiful Bahri
8. Yana Maulana Yusup
9. Didi Ustahdi
10. Dadi Sampurno
11. Herry Pranoto
12. Sri Harini

[3] Konseptor rancangan SNI
Nyimas Susyami Hitariat

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI
Pusat Standardisasi Industri
Kementerian Perindustrian